

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

PCT/JP 00/02223

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

06.04.00

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

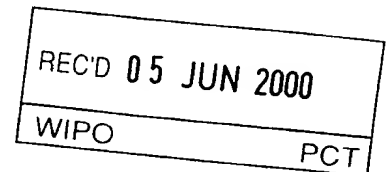
1 9 9 9 年 8 月 2 0 日

出 願 番 号
Application Number:

平成 1 1 年 特 許 願 第 2 7 2 9 0 0 号

出 願 人
Applicant (s):

田中貴金属工業株式会社



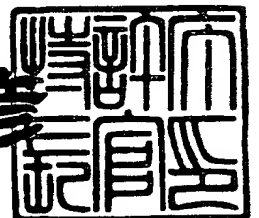
EU

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 0 年 5 月 1 9 日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

近 藤 隆 彦



出 証 番 号 出 証 特 2 0 0 0 - 3 0 3 7 1 0 9

【書類名】 特許願

【整理番号】 2-11-003

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01B 12/02
C22C 5/06

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市新町 1 番 7 5 号 田中貴金属工業株式会
社平塚工場内

【氏名】 嶋 邦弘

【特許出願人】

【識別番号】 000217228

【氏名又は名称】 田中貴金属工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100101074

【弁理士】

【氏名又は名称】 山本 和誠

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 054346

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9502499

【書類名】 明細書

【発明の名称】 超伝導材用補助材料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 超伝導材料の線材化加工に用いるパイプ状又はテープ状の Ag 合金補助材料において、 $MgO-0.03\sim 3.3$ 重量%又は $MgO-0.01\sim 1.6$ 重量%及び $NiO-0.02\sim 1.3$ 重量%で、何れも残部が Ag であることを特徴とする超伝導材用補助材料。

【請求項 2】 超伝導材用補助材料に用いる母材は、AgMg 又は AgMgNi 組成物からなり、これを溶解・鑄造後、成形せるテープ又はパイプを圧延又は伸管して目的の厚さ又は長さ加工する途上で、温度 $650\sim 850^{\circ}C$ 、時間 $20\sim 80$ h、圧力 $3\sim 10$ atm の O_2 雰囲気中で内部酸化処理を施し、さらに、その材料を圧延又は伸管し、目的寸法の厚さ又は長さとすることを特徴とする超伝導材用補助材料の製造方法。

【請求項 3】 母材である AgMg 又は AgMgNi 組成物の比率は、 $Mg-0.02\sim 2$ 重量%又は $Mg-0.01\sim 1.0$ 重量%、 $Ni-0.01\sim 1.0$ 重量%、何れも残部 Ag であることを特徴とする請求項 2 に記載の超伝導材用補助材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、超伝導材用補助材料即ち Ag 合金酸化物を基材とするテープ又はパイプ材に関し、特定の Ag 合金組成とその酸化処理方法により熱安定性、即ち過酷な熱エネルギー下でも軟化がなく、機械的強度に優れた超伝導材用補助材料を提供する。

【0002】

【従来の技術】

超伝導材として、近年において金属系超伝導材から酸化物超伝導材に関心がもたれて暫く経つが、これらは臨界温度及び磁界・磁場の高さにより広範な用途を持ち、応用範囲として、その一つにテープ及び線材などの導体もある。

酸化物超伝導材はセラミックスの部類に入るもので、脆さを持ち実用化するためには金属補助材料のテープと多層に複合して用いるか、同パイプに充填して機械的歪み特性向上に負う所が大きい。それら補助材料として、従来、Agを主成分とした多くの合金材料が知られている。

【0003】

また、補助材料として超伝導材を補助する上で、可撓性を有することは重要な要素であり、亀裂や折れが生じてはならない。そこで従来種々な試みが成されて市場に出ている。

【0004】

Agは本来熱安定性と機械的強度に欠け、他の金属との合金を用いるのが常である。幾つかの従来例を示すと、まず、特開平6-283056号公報に紹介されているものは、金属基材としてのAg合金中のMg、Niが原子%で1%以下で、同0.5%以下のTi、Mn、同30%以下のAu、同2%以下のCuの中の少なくとも1種を含むものである。しかしながら、そこに使用されている金属は大気中での酸化であり、本発明において特定している量の酸化物を示唆する記載はなく、しかも、特定の酸化処理方法を教示する記載もない。

【0005】

つぎに、特開平8-241635号公報には、Ag中に含まれるMgO、NiOの少なくとも1種を、Mg、Niに換算して0.01~0.5質量%を含むものであることが記載されている。この発明と、本発明とを対比すると、まず従来例は伸線加工済の銀合金を大気中で800~900℃、5~50時間酸化しているが、それもAgの表面のみ70μm酸化するだけで（公報第2ページ2欄【0011】4~5行）、その理由は同【0005】に記載している通りである。よって、内部はAgそのものであり内外部からの熱安定性に欠けるばかりでなく、過酷な熱エネルギー条件下にあっては当然機械的強度に不足なものである。

【0006】

しかしながら、本発明においては超伝導材を補助材料と一体化する前のAg合金を、特定の条件下でMg、Niを内部酸化させたものを補助材料として用いている点が大きく異なり、従来例では得られなかった補助材料が完成出来たのであ

る。

前記従来例において A g M g N i 合金の極く表面のみ酸化する理由は、伸線加工時にパイプに亀裂が入り破損してしまうのが一般的であると述べ、従来例の発明は、補助材料に柔軟性を付与するために採った手段に他ならない。

【 0 0 0 7 】

【発明が解決しようとする課題】

そこで、本発明においては前記問題点を改善すべく研究を重ねた結果、超伝導材用補助材料の熱エネルギーへの耐久性ならびに機械的強度を向上させるためには、A g を主成分とした M g 、 N i 金属酸化物との合金を用いることが解決の方法であるとの知見から、如何にしたら、その内部酸化物でも A g 合金補助材料として亀裂や破損が生じないかを課題とし、これを特定の組成物比及び内部酸化方法によって達成し得たのである。

【 0 0 0 8 】

【課題を解決するための手段】

1 超伝導材料の線材化加工に用いるパイプ状又はテープ状の A g 合金補助材料において、M g O - 0 . 0 3 ~ 3 . 3 重量%又は M g O - 0 . 0 1 ~ 1 . 6 重量%及び N i O - 0 . 0 2 ~ 1 . 3 重量%で、何れも残部が A g であることを特徴とする超伝導材用補助材料。

2 超伝導材用補助材料に用いる母材は、A g M g 又は A g M g N i 組成物からなり、これを溶解・鑄造後、成形せるテープ又はパイプを圧延又は伸管して目的の厚さ又は長さ加工する途上で、温度 6 5 0 ~ 8 5 0 ℃、時間 2 0 ~ 8 0 h 、圧力 3 ~ 1 0 a t m の O ₂ 雰囲気中で内部酸化処理を施し、さらに、その材料を圧延又は伸管し、目的寸法の厚さ又は長さとすることを特徴とする超伝導材用補助材料の製造方法。

3 母材である A g M g 又は A g M g N i 組成物の比率は、M g - 0 . 0 2 ~ 2 重量%又は M g - 0 . 0 1 ~ 1 . 0 重量%、N i - 0 . 0 1 ~ 1 . 0 重量%、何れも残部 A g であることを特徴とする前項 2 に記載の超伝導材用補助材料。

【 0 0 0 9 】

【発明の実施の形態】

本発明は、請求項 1 に記載したように A g 組成物中に含まれる M g、N i 酸化物として M g O-0.03~3.3 重量%又は M g O-0.01~1.6 重量%及び N i O-0.02~1.3 重量%としたことにより、A g 合金補助材料の熱安定性と機械的強度を高めることを骨子としている。

【0010】

請求項 2 に記載したように、母材の A g M g N i 組成物を加工途上で内部酸化せしめる過程は、A g M g N i 組成物中に高温加圧下で酸素が浸透して内部の M g 及び N i を逐次酸化してゆくが、A g そのものは酸化せず、むしろ酸素を通過させ中心部まで酸素を送り込む役割を果たしている。その際の内部酸化処理温度は好ましくは 700~800℃である。このように、特定の比率の M g N i を特定の条件で予め内部酸化させておくことにより、従来、酸化物は硬化して亀裂や断線などの要因になると考えられていた通念を払拭し、線材としても可撓性のある十二分に強度の高い製品とすることが出来たのは予想外であった。

【0011】

さらに、本発明における線材としてのパイプ材は、脆さのある酸化物超伝導材を内部に充填したものを伸長して用いるが、扁平なテープ材にあつては、酸化物超伝導材と複合し、これを複数層重ねたものを A g 合金酸化物で覆って用いる。

【0012】

請求項 1 において、M g O 及び N i O の使用割合を、各々 0.01~1.6 重量%、0.02~1.3 とした理由は、M g O 及び N i O も 0.01 重量%、0.02 重量%未満では機械的強度の改善がみられず、また、各々 1.6 重量%、1.3 重量%を超えると硬くなり過ぎて加工が困難となるからである。A g 中に M g O だけの場合は M g O が 0.03~3.3 重量%の範囲であれば同様の効果を発揮する（実施例 4）。そうするための A g 合金母材は、請求項 3 に記載した各元素の割合となる。

【0013】

【実施例 1】

次に、実施例により詳細に説明する。

A g-M g 0.1 重量%-N i 0.1 重量%組成物を、溶解し、長さ 250 m

m 直径 $\Phi 108$ の円柱状に鑄造したものを、外形 $68\text{ mm} \times$ 内径 40 mm 寸法に穴あけ加工し、つぎに伸管加工（粗加工）して外形 $46\text{ mm} \times$ 内径 38 mm 肉厚 4.0 mm の筒体とした。この筒体を温度 750°C 、時間 50 h 、圧力 5 atm の O_2 雰囲気中で内部酸化処理を施した。その酸化補助材料は Ag-MgO 、 $13\text{ 重量}\%-\text{NiO}$ 、 $17\text{ 重量}\%$ であった。それをさらに、伸管加工（仕上げ加工）して外形 $25\text{ mm} \times$ 内径 22 mm 肉厚 1.5 mm のパイプ状とした。この材料の加工後の特性は、引張強さ 510 MPa 、硬さ 95 Hv 、導電率は $71\% \text{ IACS}$ 、伸び 1.0% 、ヤング率 $3.45 \times 10^4\text{ MPa}$ 、比抵抗 $2.40 \times 10^{-8}\ \Omega\text{ m}$ であった。これに酸化物超伝導材を充填し、複数本の束とし伸線加工して超伝導線条を得たが、亀裂や断線もなく加工性は良好であった。

【0014】

【実施例 2～4】

実施例 2～4 についての組成物及び得られた材料の特性は、別添の表 1 に記載した通りである。その他、加工条件、内部酸化条件は全て実施例 1 と同様に行った。これに酸化物超伝導材を充填し、複数本の束とし伸線加工して超伝導線条を得たが、亀裂や断線もなく加工性は良好であった。

なお、テープについても同様に行ったが、特性及び加工性ともに良好であった。

【0015】

【発明の効果】

以上、詳記したように、従来知られていた超伝導材用補助材料に比して、本発明に係る Ag-MgO 又は Ag-MgO-NiO を特定の割合の Ag 合金としたこと、及び、特定の酸化処理方法を採用したこととの相乗作用により、超伝導材用補助材料として、過酷な熱エネルギーの下にあっても安定性、すなわち、熱による軟化がなく超伝導材との反応もなく、機械的強度の非常に高い線条が得られるという特別顕著な作用効果を奏する。

【表 1】

	組成		引張り強さ MPa	硬さ Hv	伸び %	ヤング率 $\times 10^4$ MPa	比抵抗 $\times 10^{-8} \Omega m$
	Mg	Ni					
実施例 1	酸化前	0.10	510	95	1.0	3.45	2.40
	酸化後	0.13					
実施例 2	酸化前	0.05	480	88	1.5	3.20	2.20
	酸化後	0.06					
実施例 3	酸化前	1.00	570	110	0.8	3.60	2.50
	酸化後	1.65					
実施例 4	酸化前	1.00	560	105	0.9	3.55	2.45
	酸化後	1.65					

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 超伝導材用補助材料として、熱安定性及び機械的強度その他の性能に優れた A g 合金補助材料を得ることを課題とし、新規な A g 合金酸化物を開発することである。

【解決手段】 1 超伝導材料の線材化加工に用いるパイプ状又はテープ状の A g 合金補助材料において、M g O - 0.03 ~ 3.3 重量%又は M g O - 0.01 ~ 1.6 重量%及び N i O - 0.02 ~ 1.3 重量%で、何れも残部が A g であることを特徴とする超伝導材用補助材料。

2 超伝導材用補助材料の母材となる A g M g 又は A g M g N i 組成物の比率は、M g - 0.02 ~ 2 重量%又は M g - 0.01 ~ 1.0 重量%、N i - 0.01 ~ 1.0 重量%、何れも残部 A g からなり、これを溶解・鑄造後、成形したテープ又はパイプを圧延又は伸管して、目的の厚さ又は長さに加工作る途上で、温度 650 ~ 850℃、時間 20 ~ 80 h、圧力 3 ~ 10 a t m の酸素雰囲気中で内部酸化処理を施し、さらに、その材料を圧延又は伸管し、目的寸法のテープの厚さ又はパイプの長さとすることを特徴とする超伝導材用補助材料の製造方法。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	平成11年 特許願 第272900号
受付番号	29915900076
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成11年10月13日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成11年 8月20日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000217228]

1. 変更年月日	1990年 8月10日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都中央区日本橋茅場町2丁目6番6号
氏 名	田中貴金属工業株式会社

THIS PAGE BLANK (USPTO)